

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出願年月日 2003年 1月 6日
Date of Application:

出願番号 特願2003-000449
Application Number:
ST. 10/C]: [JP2003-000449]

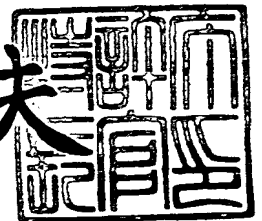
出願人 昭和電工株式会社
Applicant(s):

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

2004年 2月 5日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 11H140412

【提出日】 平成15年 1月 6日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C09K 3/14
B24D 3/28

【発明の名称】 立方晶窒化ホウ素砥粒及びその製造方法並びにそれを用いた砥石及び研磨布紙

【請求項の数】 16

【発明者】

【住所又は居所】 長野県塩尻市大字宗賀 1 番地 昭和電工株式会社 塩尻
生産・技術統括部内

【氏名】 井原 栄治

【発明者】

【住所又は居所】 長野県塩尻市大字宗賀 1 番地 昭和電工株式会社 塩尻
生産・技術統括部内

【氏名】 大坪 裕彦

【発明者】

【住所又は居所】 長野県塩尻市大字宗賀 1 番地 昭和電工株式会社 塩尻
生産・技術統括部内

【氏名】 清水 達也

【特許出願人】

【識別番号】 000002004

【氏名又は名称】 昭和電工株式会社

【代理人】

【識別番号】 100064908

【弁理士】

【氏名又は名称】 志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】 100108578

【弁理士】

【氏名又は名称】 高橋 詔男

【選任した代理人】

【識別番号】 100089037

【弁理士】

【氏名又は名称】 渡邊 隆

【選任した代理人】

【識別番号】 100101465

【弁理士】

【氏名又は名称】 青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】 100094400

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴木 三義

【選任した代理人】

【識別番号】 100107836

【弁理士】

【氏名又は名称】 西 和哉

【選任した代理人】

【識別番号】 100108453

【弁理士】

【氏名又は名称】 村山 靖彦

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008707

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704938

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 立方晶窒化ホウ素砥粒及びその製造方法並びにそれを用いた砥石及び研磨布紙

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 実質的に単結晶で黒色を呈することを特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒。

【請求項 2】 立方晶窒化ホウ素砥粒のカサ比重を、立方晶窒化ホウ素の真比重（3.48）で除して得られる立方晶窒化ホウ素砥粒の充填率が、JIS-B4130に規定される粒度区分で、

40/50 の砥粒では、0.536～0.282の範囲内、
50/60 の砥粒では、0.534～0.280の範囲内、
60/80 の砥粒では、0.532～0.278の範囲内、
80/100の砥粒では、0.526～0.274の範囲内、
100/120の砥粒では、0.520～0.269の範囲内、
120/140の砥粒では、0.511～0.264の範囲内、
140/170の砥粒では、0.506～0.259の範囲内、
170/200の砥粒では、0.500～0.253の範囲内、
200/230の砥粒では、0.497～0.246の範囲内、
230/270の砥粒では、0.491～0.240の範囲内、
270/325の砥粒では、0.486～0.233の範囲内、
325/400の砥粒では、0.480～0.226の範囲内であることを特徴とする請求項 1 に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒。

【請求項 3】 請求項 1 または請求項 2 に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造に際し、ホウ素源と六方晶窒化ホウ素を含む原料混合物を、立方晶窒化ホウ素の熱力学的に安定である圧力温度条件下に保持することを特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 4】 前記ホウ素源が、ホウ素または炭化ホウ素のうち少なくとも 1 種であることを特徴とする請求項 3 に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 5】 前記原料混合物中に、双晶結晶の立方晶窒化ホウ素を種結晶として含むことを特徴とする請求項 3 または請求項 4 に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 6】 前記原料混合物中に、触媒物質として LiMBN_2 (M は、Li、Ca、Ba、Mg を示す) を含むことを特徴とする請求項 3 から請求項 5 のいずれか 1 項に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 7】 前記触媒物質の LiMBN_2 が LiCaBN_2 または Li_3BN_2 であることを特徴とする請求項 6 に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 8】 前記原料混合物中に、触媒物質として LiMBN_2 (M は、Li、Ca、Ba、Mg を示す) に加え、さらにアルカリ金属もしくはアルカリ土類金属、またはそれらの窒化物もしくはホウ窒化物からなる群より選ばれた少なくとも 1 種類を含むことを特徴とする請求項 3 から請求項 7 のいずれか 1 項に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 9】 前記請求項 3 から請求項 8 に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法によって得られた立方晶窒化ホウ素砥粒を、さらに粉砕することを特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 10】 前記粉砕をロール粉砕機を用いておこなうことを特徴とする請求項 9 に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 11】 前記請求項 3 から請求項 10 に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法によって得られた立方晶窒化ホウ素砥粒から、さらに、3 軸径の長径を L (μm)、厚みを T (μm) とした場合の、 L/T が 1.5 以下の粒子を取り除くことを特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法。

【請求項 12】 前記請求項 3 から請求項 11 の何れか 1 項に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法により得られた立方晶窒化ホウ素砥粒。

【請求項 13】 前記請求項 1 もしくは請求項 2 または請求項 12 の何れか 1 項に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒を、結合材を用いて固化したことを特徴とする砥石。

【請求項 14】 前記結合材として、ビトリファイドボンドを用いたことを

特徴とする請求項 13 に記載の砥石。

【請求項 15】 前記ビトリファイドボンドの配合量が、10～50 体積%であることを特徴とする請求項 15 に記載の砥石。

【請求項 16】 前記請求項 1 もしくは請求項 2 または請求項 12 の何れか 1 項に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒を、綿布又はこれに準ずる布紙に接着剤で固定したことを特徴とする研磨布紙。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、砥石等に用いられる立方晶窒化ホウ素砥粒及びその製造方法並びにその立方晶窒化ホウ素砥粒を使用した砥石及び研磨布紙に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

立方晶窒化ホウ素 (cubic boron nitride ; cBN) は、ダイヤモンドに次ぐ硬さとそれを凌ぐ化学的安定性を持ち、研削・研磨・切削材用の砥粒としての需要が増大している。

立方晶窒化ホウ素の製造方法は種々提案されているが、この中で最も良く知られ、工業的にも広く利用されているのは、六方晶窒化ホウ素 (hexagonal boron nitride ; hBN) を、触媒物質等の存在下で、約 4～6 GPa、約 1400～1600℃程度の立方晶窒化ホウ素の熱力学的安定領域内に保持し、六方晶窒化ホウ素を立方晶窒化ホウ素に変換する方法である (例えば、特許文献 1～3 参照。)。

これらの方法によって得られる立方晶窒化ホウ素砥粒は、前述したように優れた硬さと化学的安定性を保有しており、電着砥石、メタルボンド砥石等にも使用されている。

【0003】

前述した方法により得られた立方晶窒化ホウ素砥粒は、比較的形狀が球形に近いブロッキーな砥粒であり、切れ味が要求されるビトリファイドボンド砥石を用いる様な研削用途には適していなかった。

このため、立方晶窒化ホウ素砥粒を用いた砥石の切れ味を向上させるため、形状がシャープで且つ肉質が比較的緻密な立方晶窒化ホウ素粒子を用いることによって、良好な切れ味が持続できることが開示されている（例えば、特許文献 4 参照。）。

また、ビトリファイドボンド砥石のような有気孔砥石において、気孔の増大が図れ、面粗度を低下させること無く更に良好な切れ味を得られることが出来る砥粒についても開示されている。

これらの砥粒を用いることによって、良好な切れ味の砥石が製作できるようになった。

【 0 0 0 4 】

【特許文献 1】

特開昭 5 8 - 8 4 1 0 6 号公報

【特許文献 2】

特開昭 5 9 - 5 7 9 0 5 号公報

【特許文献 3】

特開昭 5 9 - 7 3 4 1 0 号公報

【特許文献 4】

特開平 9 - 1 6 9 9 7 1 号公報

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】

しかしその一方で、これらの砥粒を用いた砥石を使用した場合、従来の砥粒を用いた砥石を使用した場合に比べ、研削加工後の被削材面粗度が悪いと言う問題点を依然抱えていた。砥粒形状がシャープ、或いは充填率が低くなることによって、ツルueイング時、ドレッシング時、或いは研削加工時に、砥粒が大きく欠けることによって研削時に有効な切れ刃数が減少してしまうことが原因と推定される。

研削加工分野における部品の小型化、高精度化が進む中で、良好な切れ味を維持したままで、被削材面粗度が向上できる砥石に対する要求が強まってきており、そのような砥石が製作できる砥粒の開発が待ち望まれていた。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明者は上記の問題点を解決すべく鋭意努力検討した結果、砥粒の合成原料中にホウ素源を添加することによって砥粒に微小破碎性を持たせる事を可能とした。その結果、形状がシャープな砥粒、又は充填率が低い砥粒を用いた場合でも、ツルージング時、ドレッシング時、或いは研削加工時における、砥粒の大破碎（大きな欠け）を抑制することが出来るようになり、良好な切れ味を維持したまま研削加工時の被削材面粗度が向上できる砥石の製作を可能とした。

即ち本発明は、

(1) 実質的に単結晶で黒色を呈する事を特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒、

(2) 立方晶窒化ホウ素砥粒のカサ比重を、立方晶窒化ホウ素の真比重（3.48）で除して得られる立方晶窒化ホウ素砥粒の充填率が、JIS-B4130に規定される粒度区分で、

40/50 の砥粒では、0.536～0.282の範囲内、
50/60 の砥粒では、0.534～0.280の範囲内、
60/80 の砥粒では、0.532～0.278の範囲内、
80/100の砥粒では、0.526～0.274の範囲内、
100/120の砥粒では、0.520～0.269の範囲内、
120/140の砥粒では、0.511～0.264の範囲内、
140/170の砥粒では、0.506～0.259の範囲内、
170/200の砥粒では、0.500～0.253の範囲内、
200/230の砥粒では、0.497～0.246の範囲内、
230/270の砥粒では、0.491～0.240の範囲内、
270/325の砥粒では、0.486～0.233の範囲内、
325/400の砥粒では、0.480～0.226の範囲内であることを特徴とする（1）に記載の立方晶窒化ホウ素砥、

(3) (1)または(2)に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造に際し、ホウ素源と六方晶窒化ホウ素を含む原料混合物を、立方晶窒化ホウ素の熱力学的に安

定な圧力温度条件下に保持することを特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(4) 前記ホウ素源が、ホウ素または炭化ホウ素のうち少なくとも1種であることを特徴とする(3)に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(5) 前記原料混合物中に、双晶結晶の立方晶窒化ホウ素を種結晶として含むことを特徴とする(3)または(4)に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(6) 前記原料混合物中に、触媒物質として LiMBN_2 (Mは、Li、Ca、Ba、Mgを示す)を含むことを特徴とする(3)から(5)のいずれか1つに記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(7) 前記触媒物質の LiMBN_2 が LiCaBN_2 または Li_3BN_2 であることを特徴とする(6)に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(8) 前記原料混合物中に、触媒物質として LiMBN_2 (Mは、Li、Ca、Ba、Mgを示す)に加え、さらにアルカリ金属もしくはアルカリ土類金属、またはそれらの窒化物もしくはホウ窒化物からなる群より選ばれた少なくとも1種類を含むことを特徴とする(3)から(7)のいずれか1つに記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(9) 前記(3)から(8)に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法によって得られた立方晶窒化ホウ素砥粒を、さらに粉砕することを特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(10) 前記粉砕をロール粉砕機を用いておこなうことを特徴とする(9)に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(11) 前記(3)から(10)に記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法によって得られた立方晶窒化ホウ素砥粒から、さらに、3軸径の長径を $L(\mu\text{m})$ 、厚みを $T(\mu\text{m})$ とした場合の、 L/T が1.5以下の粒子を取り除くことを特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法、

(12) 前記(3)から(11)の何れか1つに記載の立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法により得られた立方晶窒化ホウ素砥粒、

(13) 前記(1)もしくは(2)または(12)の何れか1つに記載の立方

晶窒化ホウ素砥粒を、結合材を用いて固化したことを特徴とする砥石、

(14) 前記結合材として、ビトリファイドボンドを用いたことを特徴とする

(13) に記載の砥石、

(15) 前記ビトリファイドボンドの配合量が、10～50体積%であることを特徴とする(15)に記載の砥石、

(16) 前記(1)もしくは(2)または(12)の何れか1つに記載の立方晶窒化ホウ素砥粒を、綿布又はこれに準ずる布紙に接着剤で固定したことを特徴とする研磨布紙である。

【0007】

【発明の実施の形態】

本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒は、実質的に単結晶で黒色を呈することを特徴とする立方晶窒化ホウ素砥粒である。

また、本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒は、立方晶窒化ホウ素砥粒のカサ比重(単位: g/cm^3)を、立方晶窒化ホウ素の真密度($3.48 \text{ g}/\text{cm}^3$)で除して得られる立方晶窒化ホウ素砥粒の充填率がJIS-B4130に規定される粒度区分で、

40/50 の砥粒では、0.536～0.282の範囲内、

50/60 の砥粒では、0.534～0.280の範囲内、

60/80 の砥粒では、0.532～0.278の範囲内、

80/100の砥粒では、0.526～0.274の範囲内、

100/120の砥粒では、0.520～0.269の範囲内、

120/140の砥粒では、0.511～0.264の範囲内、

140/170の砥粒では、0.506～0.259の範囲内、

170/200の砥粒では、0.500～0.253の範囲内、

200/230の砥粒では、0.497～0.246の範囲内、

230/270の砥粒では、0.491～0.240の範囲内、

270/325の砥粒では、0.486～0.233の範囲内、

325/400の砥粒では、0.480～0.226の範囲内であり、実質的に

単結晶で黒色の立方晶窒化ホウ素砥粒である。上記充填率の範囲を外れると、研削時の切れ味が悪くなり、研削動力値が上昇する。

【0008】

上記充填率の範囲に類似する立方晶窒化ホウ素砥粒は公知である（例えば、先の特許文献4参照。）が、実質的に単結晶からなる黒色の立方晶窒化ホウ素砥粒は知られていなかった。本発明者らは、立方晶窒化ホウ素砥粒を合成するにあたって、その合成原料中にホウ素源を添加することで、上記充填率の範囲を満たす微小破碎性を持った、実質的に単結晶からなり黒色の砥粒合成を可能とした。

立方晶窒化ホウ素砥粒の中でも 実質的に単結晶からなる砥粒が研削砥粒として適している。立方晶窒化ホウ素砥粒には、単結晶の他に、多結晶質又は微細結晶質等の立方晶窒化ホウ素砥粒が含まれるが、本発明ではこの中で、単結晶のみを用いる。多結晶質又は微細結晶質の立方晶窒化ホウ素砥粒は比較的砥粒強度が高く欠け難い為、砥石として使用した場合には砥粒先端の切れ刃が摩滅摩耗し易く、結果として研削動力値が高くなってしまうので、本発明の目的の立方晶窒化ホウ素砥粒には適していない。そのため本発明における実質的に単結晶からなる砥粒の概念には、多結晶質、微細結晶質は含めない。

本発明における“実質的に単結晶”の定義は、上記の単結晶砥粒が立方晶窒化ホウ素砥粒の中に、90体積%以上、好ましくは95体積%以上、より好ましくは99体積%以上の比率で存在することを意味する。なお、この比率には、立方晶窒化ホウ素以外の不純物は含めない。

【0009】

立方晶窒化ホウ素砥粒を製造するには、特開昭59-199513号公報に記載されているように、六方晶窒化ホウ素、触媒物質及び III b 族元素を組合せた反応系を使用することによって、機械的強度に優れ形状の悪化が見られない良質な立方晶窒化ホウ素砥粒を収率良く得ることが知られている。

本発明者らの研究の結果、立方晶窒化ホウ素砥粒の場合、合成原料中にホウ素源を添加することによって、合成原料中にホウ素を添加しない場合に比べ砥粒が微小破碎することが新たに判明した。この効果はホウ素源を添加した場合のみに顕著に認められ、他の III b 族元素及びその化合物を添加した場合には、同様の

効果は認められなかった。ホウ素源と他の III b 族元素及びその化合物の場合で、効果が異なるものと推定される。砥粒が微小破碎することにより被研削面の面粗度が向上する効果をもたらす。

【0010】

破碎性向上に対するホウ素源添加の効果は現時点では明かでないが、ホウ素源添加によって生成する立方晶窒化ホウ素砥粒の色調が黒色になることから、添加したホウ素源が砥粒内に取り込まれて包有物になる、或いは合成原料中のホウ素比率が高くなるため、砥粒の結晶格子中にホウ素過剰、或いは窒素不足によって欠陥が発生する可能性が考えられ、このような現象が何らかの形で破碎性向上に影響している可能性があると推測される。

砥粒が微小破碎されることにより、研削後の被削材面の表面粗度が向上する効果を有する。

【0011】

本発明における立方晶窒化ホウ素砥粒の充填率は、立方晶窒化ホウ素砥粒のカサ比重（単位： g/cm^3 ）を、立方晶窒化ホウ素の真密度（ $3.48 \text{ g}/\text{cm}^3$ ）で除することにより得られる。カサ比重の測定は J I S - R 6 1 2 6 「人造研削材のカサ比重試験方法」に準拠した方法で行う。

以下にその測定方法の概要を説明すると、漏斗の出口をストッパーでふさぎ、測定試料 $20.0 \pm 0.1 \text{ g}$ を漏斗内に入れる。容積 $8.0 \pm 0.1 \text{ ml}$ のシリンダーを漏斗出口の真下に配置する（漏斗出口からシリンダー上面までの落下距離を $95.0 \pm 1.0 \text{ mm}$ とする）。ストッパーを引き抜き試料の全量をシリンダー内に落下させた後、シリンダーの上面から盛り上がった試料を、金属板を用いてすくい取るように取り除く。次にシリンダー内に残った試料質量を測定し、シリンダー容積で除してカサ比重を求める。

【0012】

以上の方法によりカサ比重を測定するが、正確なカサ比重を測定するためには、砥粒表面の付着物、汚れ等による影響を取り除くため、測定前に砥粒を希塩酸又は王水によって洗浄し、脱酸・乾燥した後測定する必要がある。

本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒は、J I S - B 4 1 3 0 に規定される粒度区分

で、前述した範囲内の充填率を有するが、この立方晶窒化ホウ素砥粒を複数の粒度区分でブレンドして用いても良い。充填率は砥粒形状等によって決まる。

前述した範囲内の充填率を有する砥粒は砥石の切れ味に対して好結果をもたらす。充填率が前述した範囲を外れると砥石の切れ味が悪くなり、研削時に所用研削動力が上昇する。

【0013】

本発明で使用する立方晶窒化ホウ素砥粒の製造方法は特に限定されないが、生産性を考慮すると、ホウ素源と共存させた六方晶窒化ホウ素を触媒物質の存在下で、立方晶窒化ホウ素の熱力学的安定領域内に保持して、六方晶窒化ホウ素を立方晶窒化ホウ素に変換する方法が望ましい。

出発原料である六方晶窒化ホウ素は、市販の六方晶窒化ホウ素粉末を使用できる。六方晶窒化ホウ素に混入する酸素不純物は、六方晶窒化ホウ素から立方晶窒化ホウ素への変換を遅らせることがあるため、酸素量の少ないものが好ましい。

粒度は特に限定されないが、一般的には J I S - R 6 0 0 1 に定められた粒度で 1 5 0 メッシュ以下が好ましい。粒度が大きすぎると触媒物質との反応性が低下する可能性があるからである。

【0014】

六方晶窒化ホウ素を立方晶窒化ホウ素に変換する際に用いる触媒は特に限定されず、既知の触媒は全て使用できる。例をあげると、アルカリ金属 (Li 等) と、これらの窒化物 (Li₃N 等) 及びホウ窒化物 (Li₃BN₂ 等)、アルカリ土類金属 (Ca, Mg, Sr, Ba 等) と、これらの窒化物 (Ca₃N₂、Mg₃N₂、Sr₃N₂、Ba₃N₂、等) 及びホウ窒化物 (Ca₃B₂N₄、Mg₃B₂N₄、Sr₃B₂N₄、Ba₃B₂N₄ 等)、アルカリ金属とアルカリ土類金属の複合ホウ窒化物 (LiCaBN₂、LiBaBN₂ 等) を用いることができる。触媒の粒度は特に限定されないが 1 5 0 メッシュ以下が好ましい。触媒の粒度が大きすぎると六方晶窒化ホウ素との反応性が低下する可能性があるからである。また触媒物質の六方晶窒化ホウ素への配合比率は、六方晶窒化ホウ素 1 0 0 質量部に対し、触媒物質として 5 ~ 5 0 質量部の範囲内で混合するのが好ましい。触媒物質と六方晶窒化ホウ素を共存させる方法としては、これ

らの粉末を混合する方法があるが、反応容器中に六方晶窒化ホウ素層と触媒物質層を交互に積層するように配置しても良い。

【0015】

ホウ素源としては特に制限はなく、ホウ素及びホウ素の化合物を使用することができる。ホウ素源の粒度は特に限定されないが、150メッシュ以下が好ましい。粒度が大きすぎると、原料中でのホウ素源の偏りによって生成する砥粒が不均一なものになってしまう可能性があるからである。また、ホウ素源の配合比率は、六方晶窒化ホウ素100質量部に対し、ホウ素源として0.01～10質量部の範囲内で混合するのが好ましい。0.01質量部を下回ると添加物質の効果が充分得られない。一方10質量部を超えると、立方晶窒化ホウ素への変換反応を阻害して収率が低下する。

ホウ素源と六方晶窒化ホウ素を共存させる方法としては、これらの粉末を混合する方法がある。また、ホウ素源と触媒物質を共存させる方法としては、これらの粉末を混合する方法があるが、予め触媒物質と加熱・反応させてもよい。もちろん六方晶窒化ホウ素、触媒物質、ホウ素源の粉末を混合して用いることも可能である。

実際には、六方晶窒化ホウ素、触媒物質及びホウ素源を混合した後、あるいは六方晶窒化ホウ素、触媒物質をそれぞれ別々に、1～2ton/cm²程度の圧力で成形してから反応容器に充填することが好ましい。六方晶窒化ホウ素と触媒物質を別々に成形する場合は、予めホウ素源は六方晶窒化ホウ素、触媒物質のいずれかと混合されていることが好ましい。この様にすることにより、原料粉末の取り扱い性が向上すると共に、反応容器内での収縮量が減少し、立方晶窒化ホウ素砥粒の生産性が向上する効果がある。

【0016】

また本発明では、上記の成形体または積層体に前もって立方晶窒化ホウ素を種結晶として添加し、これを核として立方晶窒化ホウ素の結晶成長を促進させる方法を用いてもよい。この場合、立方晶窒化ホウ素の種結晶表面に上記触媒物質を被覆しても良い。

上記の触媒物質と六方晶窒化ホウ素等との成形体等を、反応容器中に充填し、

周知の高温高压発生装置に装填し、立方晶窒化ホウ素の熱力学的安定領域内の温度圧力条件下に保持する。この熱力学的安定領域については、O. Fukunaga, Diamond Relat. Mater., 9 (2000), 7-12に示されており、一般的には約4～約6 GPa、約1400～約1600℃の範囲内であり、また保持時間は一般的には約1秒～約6時間程度である。

上記の立方晶窒化ホウ素の熱力学的安定領域に保持することにより、六方晶窒化ホウ素は立方晶窒化ホウ素に変換され、一般的には六方晶窒化ホウ素、立方晶窒化ホウ素、ホウ素源および触媒物質からなる合成塊が得られる。この合成塊を解砕し、立方晶窒化ホウ素を単離精製する。

【0017】

単離精製の方法には、例えば特公昭49-27757号公報に開示されているように、合成塊を5mm以下に解砕した後、水酸化ナトリウムと少量の水を加え、300℃程度に加熱し、六方晶窒化ホウ素を選択的に溶解させる。これを冷却後、酸で洗浄、水洗後、ろ過することにより立方晶窒化ホウ素砥粒を回収する方法を用いることができる。

この様にして得られた立方晶窒化ホウ素砥粒の中で本発明に適しているのは、実質的に単結晶からなる砥粒である。単結晶立方晶窒化ホウ素の判定は、例えば、X線回折により行なうことができる。

【0018】

上記により得られた実質的に単結晶からなる立方晶窒化ホウ素砥粒を、JIS-B4130に規定された粒度区分に分級した後、粒度区分毎に形状分離器等を用いてブロッキー砥粒を取り除くことで、本発明の充填率を満たした立方晶窒化ホウ素砥粒を得ることができる。

ブロッキー砥粒とは、結晶粒の形態が球形に近い形状を示し、具体的には、結晶粒の3軸径の長径をL (μm)、厚みをT (μm)とした場合の、 L/T の値が1に近い砥粒を示す。ここで言う3軸径とは、不規則形状粒子を直方体に換算して粒子形状を定量化する方法であり、粉体工学会編 粉体工学便覧、昭和61年初版1刷発行の1頁に記載がある。

【0019】

具体的には、任意の平面上に安定に配置した粒子の平面への投影図形に対して両側から平行線を接近させ、その投影図形に接した時の平行線の間隔を測定する。この間隔が最長である平行線間距離を粒の長径 L (μm) とし、それに直角方向の投影図形に接する平行線間隔距離を粒の短径 B (μm) とする。粒子が安定に配置している面から粒子上端までの高さを粒の厚み T (μm) とする。但し、本発明の 3 軸径の厚み T (μm) については、粒の短径 B (μm) と粒の厚み T (μm) の内、値の小さいほうの厚みを T (μm) とする。

【0020】

すなわち本発明では、形状分離器等を用いることにより、 L/T が 1.5 以下の砥粒の比率を減少させることで、本発明の充填率を満たす立方晶窒化ホウ素砥粒を得ることができる。なお、本発明の製造方法の「 L/T が 1.5 以下の砥粒を取り除く」工程とは、「 L/T が 1.5 以下の砥粒の比率を減少させる」工程をいう。

形状分離器としては、上記の目的を達するものであれば何でも用いることができるが、例えば、振動によって L/T の低い砥粒を分離する方法が挙げられる。

【0021】

JIS-B4130「ダイヤモンド及び立方晶窒化ホウ素と粒の粒度」に規定される粒度区分の内、本発明に関連する粒度区分について表 1 に示す。なお、表 1 は電成篩いによる粒度分布である。

【0022】

【表 1】

	1 段目の篩		2 段目の篩		3 段目の篩				4 段目の篩	
	99.9%通過 しなければ ならない篩	μm	一定量以上 とどまっては いけない篩と その量	μm	%	一定量以上 とどまらなければ ならない篩と その量	μm	%	通過しても 良い最大の量	2%以上 通過しては ならない篩
40/50	600		455	8		302	90	8		213
50/60	455		322	8		255	90	8		181
60/80	384		271	8		181	90	8		127
80/100	271		197	10		151	87	10		107
100/120	227		165	10		127	87	10		90
120/140	197		139	10		107	87	10		75
140/170	165		116	11		90	85	11		65
170/200	139		97	11		75	85	11		57
200/230	116		85	11		65	85	11		49
230/270	97		75	11		57	85	11		41
270/325	85		65	15		49	80	15		-
325/400	75		57	15		41	80	15		-

【0023】

また本発明の充填率を満たす立方晶窒化ホウ素砥粒の収率を高めるためには、立方晶窒化ホウ素砥粒の製造工程において、立方晶窒化ホウ素砥粒を粉砕する工程を含めることが好ましい。具体的な粉砕方法としては、立方晶窒化ホウ素砥粒を圧壊するような粉砕方法が好ましく、具体的にはロール粉砕機による粉砕が好ましい。

ロール粉砕機による粉砕方法とは、砥粒を二つのロール間に挟み砥粒を粉砕す

る方法である。この方法は、砥粒に圧縮及びせん断力を加えて粉碎する方法であり、比較的強い力で短時間に粉碎される為、必要以上に微細化することや、砥粒の角がとれてブロッキーになることが少なく、本発明の充填率を満たす立方晶窒化ホウ素砥粒の収率を向上させることができる。

【 0 0 2 4 】

本発明の充填率を満たす立方晶窒化ホウ素砥粒を得る別の方法として、本出願人は先に六方晶窒化ホウ素を触媒物質の存在下、超高压高温条件で立方晶窒化ホウ素に変換する方法を発明し特許出願した（特願平 2 0 0 2 - 1 4 5 5 2 5）。この方法においては、直接本発明の充填率を満たす砥粒を得る方法として挙げられる。具体的には、六方晶窒化ホウ素と立方晶窒化ホウ素の種結晶とを含む混合物を立方晶窒化ホウ素の熱力学的に安定である圧力温度条件下に保持することによって立方晶窒化ホウ素砥粒を製造する際に、立方晶窒化ホウ素の種結晶として双晶結晶または多重双晶結晶を用いることにより本発明の充填率を満たす立方晶窒化ホウ素砥粒を得ることができる。

双晶結晶とは、互いに対称的關係を持つ二つの部分を持つ結晶のことである。双晶結晶の具体的な結晶形態を図 1 に模式的に示す。

例えば図 1（A）の様な双晶結晶では 3 つの矢印方向の成長が優先的に起こる。また図 1（B）の様な双晶面を 2 つ以上持つ多重双晶結晶を種結晶として用いた場合は、凹入角を持つ面が増え、図 1（A）の様な結晶を用いた場合に比べ本発明の充填率を満たす立方晶窒化ホウ素砥粒がより成長し易くなる。

種結晶として双晶結晶を用いることにより、本発明の充填率を満たす立方晶窒化ホウ素砥粒が得られる理由は、双晶が持つ凹入角では核発生が一次元、すなわち一つの結晶方位に進行するため、他の結晶方位への結晶成長に比べ成長速度に差が生じ易くなり、異方成長する結晶粒が多くなる。その結果、イレギュラーな砥粒が成長し易くなり、本発明の充填率を満たす立方晶窒化ホウ素砥粒が得られ易くなるものと考えられる。

【 0 0 2 5 】

本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒を用いると、良好な切れ味を維持したままで被削材面粗度が向上できる砥石の作製が可能である。特に有気孔のビトリファイド

ボンド砥石の場合この効果が顕著となる。また、合成原料中へのホウ素源添加に付随した効果として、本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒とビトリファイドボンドとの反応性（濡れ性）が改善され、砥粒保持力が向上するため、研削比も向上することがわかった。

ビトリファイドボンド砥石の結合材としては、通常立方晶窒化ホウ素砥粒用として使用されている結合材を使用目的に応じて用いることができる。結合材としては、例えば SiO_2 、 Al_2O_3 をベースとしたものが例示できる。また砥石中の結合材の配合量は 10～50 体積% の範囲内とすることが好ましい。結合材の配合量が 10 体積% を下回ると、砥粒の保持力が低下し、その結果砥粒の脱落が多くなり、研削比が低下して研削工具としては不適當なものとなる。一方結合材の配合量が 50 体積% を超えると、気孔が減少し切れ味が低下した砥石になると共に、砥石焼成時の体積膨張（発泡現象）が起こり易くなるので好ましくない。

その他骨材、補助結合材等、通常立方晶窒化ホウ素砥粒を用いた砥石を製造する際に使用される添加剤等を使用できる。

【0026】

本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒は前述したビトリファイドボンド砥石の他にも、他の種類のボンドを用いた砥石や、研磨布紙等に用いるのにも適している。研磨布紙とは、布に接着剤を用いて砥粒を固定した物であり、具体的には、綿又はこれに準ずる布に、にかわ、ゼラチン、合成樹脂等を接着剤として用いて固定することにより製造される。

【0027】

【実施例】

以下、実施例により本発明を説明するが、本発明はこの実施例に限定されるものではない。

（実施例 1）

hBN（昭和電工（株）製 UHP-1、平均粒径 8～10 ミクロン、純度 98%）100 質量部に対して cBN 合成用触媒として LiCaBN_2 を 15 質量部、ホウ素源としてアモルファスホウ素を 1.5 質量部添加し、原料混合物試料

を成形した。原料混合物試料の成形密度は 1.92 g/cm^3 であった。成形した原料混合物試料を反応容器に充填し高温高压発生装置に装填して、5 GPa、1500℃で15分間保持して合成を行った。合成後、合成塊を装置から取り出し、合成塊を5 mm以下に解砕した後、水酸化ナトリウムと少量の水を加え、300℃程度に加熱し、六方晶窒化ホウ素を選択的に溶解させた。これを冷却後、酸で洗浄、水洗後、ろ過することにより立方晶窒化ホウ素砥粒を単離精製した。

得られた立方晶窒化ホウ素砥粒は黒色で、単結晶が99%以上の立方晶窒化ホウ素砥粒であった。

【0028】

(実施例2)

実施例1において、立方晶窒化ホウ素の種結晶として平均粒径30ミクロンで図1(A)に示すような双晶結晶を多く含む立方晶窒化ホウ素砥粒を0.5質量部添加して試料を作製し、他の条件は実施例1と同様にして立方晶窒化ホウ素砥粒を合成し単離精製した。

なお、得られた立方晶窒化ホウ素砥粒は黒色で、単結晶が99%以上の立方晶窒化ホウ素砥粒であった。

【0029】

(実施例3)

実施例1で得られた立方晶窒化ホウ素砥粒をJIS-B4130に規定された粒度区分に分級し、粒度区分120/140の砥粒について、前述した形状分離器を用いてブロッキー砥粒を取り除いた。

形状分離器は、一辺の長さが約1メートルの正三角形の振動板を用いたものを使用した。振動板(各頂点をA、B、Cとする)は、辺ACを軸に頂点Bが上になる様に18°傾斜させ、更に頂点Aから頂点Cに向かい俯角になる様に5°傾斜させた。

この形状分離器を用いて、立方晶窒化ホウ素砥粒に含まれて行いたL/Tが1.5以下の砥粒の比率を減少させた後、この立方晶窒化ホウ素砥粒を希塩酸で洗浄し、脱酸・乾燥後、カサ比重を測定して充填率を求めた。

カサ比重の測定は、漏斗の出口をストッパーでふさぎ、立方晶窒化ホウ素砥粒 20.0 ± 0.1 g を漏斗内に入れた。容積 8.0 ± 0.1 ml のシリンダーを漏斗出口の真下に配置し、漏斗出口からシリンダー上面までの落下距離を 95.0 ± 1.0 mm とした。ストッパーを引き抜き立方晶窒化ホウ素砥粒の全量をシリンダー内に落下させた後、シリンダーの上面から盛り上がった立方晶窒化ホウ素砥粒を、金属板を用いてすくい取るように取り除いた。次にシリンダー内に残った立方晶窒化ホウ素砥粒の質量を測定し、シリンダー容積で除してカサ比重を求めた。

粒度区分 120 / 140 の砥粒の充填率を表 2 に示す。

【0030】

【表 2】

	用いた立方晶窒化ホウ素砥粒の種類	粒度区分 120/140 の砥粒の充填率
実施例 3	実施例 1	0.503
実施例 4	実施例 1	0.497
実施例 5	実施例 2	0.500
比較例 3	比較例 1	0.498
比較例 4	比較例 1	0.501
比較例 5	比較例 2	0.502

【0031】

(実施例 4)

実施例 1 で得られた立方晶窒化ホウ素砥粒をロール粉砕機で粉砕した。

ロール粉砕機には吉田製作所製のロールクラッシャーを用いた。ロールは直径 140 mm、長さ 140 mm の焼入れ鋼ロールで、ロールには 50 kgf (490 N) の加重を加え、100 rpm の回転速度のロールに、立方晶窒化ホウ素砥粒を 20 g / 分で供給し粉砕を行った。

立方晶窒化ホウ素砥粒を粉砕後、JIS-B4130 に規定された粒度区分に分級し、粒度区分 120 / 140 の砥粒について、希塩酸で洗浄し、脱酸・乾燥後、実施例 3 と同様の方法でカサ比重を測定して充填率を求めた。

粒度区分 120/140 の砥粒の充填率を表 2 に示す。

【0032】

(実施例 5)

実施例 2 で得られた立方晶窒化ホウ素砥粒を J I S - B 4 1 3 0 に規定された粒度区分に分級し、粒度区分 120/140 の砥粒について、希塩酸で洗浄し、脱酸・乾燥後、実施例 3 と同様の方法でかさ比重を測定して充填率を求めた。

粒度区分 120/140 の砥粒の充填率を表 2 に示す。

【0033】

(比較例 1)

h B N (昭和電工 (株) 製 U H P - 1、平均粒径 8 ~ 10 ミクロン、純度 98 %) 100 質量部に対して c B N 合成用触媒として L i C a B N₂ を 15 質量部添加して試料を作成し、他の条件は実施例 1 と同様にして立方晶窒化ホウ素砥粒を合成し単離精製した。

得られた立方晶窒化ホウ素砥粒は黄色で、単結晶が 99 % 以上の立方晶窒化ホウ素砥粒であった。

【0034】

(比較例 2)

比較例 1 において、立方晶窒化ホウ素の種結晶として平均粒径 30 ミクロンで図 1 (A) に示す様な双晶結晶を多く含む立方晶窒化ホウ素砥粒を 0.5 質量部添加して試料を作製し、他の条件は実施例 1 と同様にして立方晶窒化ホウ素砥粒を合成し単離精製した。

なお、得られた立方晶窒化ホウ素砥粒は黄色で、単結晶が 99 % 以上の立方晶窒化ホウ素砥粒であった。

【0035】

(比較例 3)

比較例 1 で得られた立方晶窒化ホウ素砥粒を J I S - B 4 1 3 0 に規定された粒度区分に分級し、粒度区分 120/140 の砥粒について、実施例 3 と同様にして形状分離器を用いてブロッキー砥粒を取り除いた。

得られた立方晶窒化ホウ素砥粒を希塩酸で洗浄し、脱酸・乾燥後、実施例 3 と

同様の方法でかさ比重を測定して充填率を求めた。

粒度区分 1 2 0 / 1 4 0 の砥粒の充填率を表 2 に示す。

【 0 0 3 6 】

(比較例 4)

比較例 1 で得られた立方晶窒化ホウ素砥粒を実施例 4 と同様の方法で、ロール粉砕機で粉砕した。

立方晶窒化ホウ素砥粒を粉砕後、J I S - B 4 1 3 0 に規定された粒度区分に分級し、粒度区分 1 2 0 / 1 4 0 の砥粒について、希塩酸で洗浄し、脱酸・乾燥後、実施例 3 と同様の方法でかさ比重を測定して充填率を求めた。

粒度区分 1 2 0 / 1 4 0 の砥粒の充填率を表 2 に示す。

【 0 0 3 7 】

(比較例 5)

比較例 2 で得られた立方晶窒化ホウ素砥粒を J I S - B 4 1 3 0 に規定された粒度区分に分級し、粒度区分 1 2 0 / 1 4 0 の砥粒について、希塩酸で洗浄し、脱酸・乾燥後、実施例 3 と同様の方法でかさ比重を測定して充填率を求めた。

粒度区分 1 2 0 / 1 4 0 の砥粒の充填率を表 2 に示す。

【 0 0 3 8 】

(実施例 6、比較例 6)

実施例 5 及び比較例 5 の砥粒を用いて砥石セグメントを作製した。砥粒、結合剤としてのホウ珪酸系ガラス質結合材、バインダー（フェノール系樹脂）の混合物を調製し、1 5 0 ℃で加圧成形後、1 0 0 0 ℃（大気雰囲気）で焼成した。使用したバインダーは砥石焼成時に燃焼し気孔となった。配合比率は砥粒率 5 0 体積％、ボンド率 2 0 体積％、バインダー 1 0 体積％で、焼成後の気孔率は 3 0 体積％であった。このようにして得られた砥石セグメントの抗折力を表 3 に示す。

【 0 0 3 9 】

【表 3】

	セグメント抗折力 kPa
実施例 6	438
比較例 6	398

【0040】

(実施例 7、比較例 7)

上記実施例 6、及び比較例 6 で作製した砥石セグメントをアルミ合金に接着して砥石化した後に、以下の研削条件で研削試験を行った。

- a. 砥石 ; 1A1 形、150D × 10U × 3X × 76.2H
- b. 研削盤 ; 横軸平面研削盤 (砥石軸モーター 3.7kW)
- c. 被削材 ; 高速度工具鋼 JIS SKH-51

(HRC = 62 ~ 64)

被削材面 200mm 長 X 100mm 幅

- d. 研削方式 ; 湿式平面トラバース研削方式
- e. 研削条件 ; 砥石周速度 1800m/分
テーブル速度 15m/分
クロス送り 5mm/パス
切り込み 25μm
- f. 研削液 ; JIS W2 種 cBN 専用液 (50 倍希釈)

研削結果を表 4 に示す。

【0041】

【表 4】

	研削比	研削動力値 (W)	面粗度 Ra (μ m) 研削方向に対して	
			平行方向	垂直方向
実施例 7	1277	730	0.21	0.94
比較例 7	1013	740	0.27	1.33

【 0 0 4 2 】

【発明の効果】

本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒を用いた砥石は、従来切れ味の向上を求めて開発された砥粒を用いた砥石と同等の切れ味を有し、研削加工時の被削材面粗度がそれらより向上する特性を有する。その為、本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒を用いることにより、研削加工時に良好な切れ味を維持したまま、被削材面粗度が向上する砥石が作製可能となった。

特に本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒はビトリファイドボンド砥石に適しており、本発明の立方晶窒化ホウ素砥粒を用いたビトリファイドボンド砥石は有気孔砥石として優れた研削特性を有する。また、研磨布紙としても利用できる。

【図面の簡単な説明】

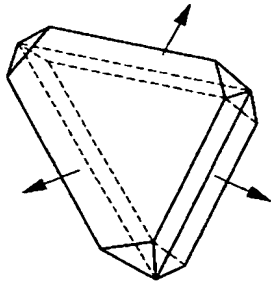
【図 1】 双晶結晶の結晶形態を模式的に示す図で、(A) は立方晶窒化ホウ素の双晶結晶を示し、(B) は立方晶窒化ホウ素の多重双晶結晶を示しており、矢印は優先的に成長が起こる方向を示す。

【書類名】

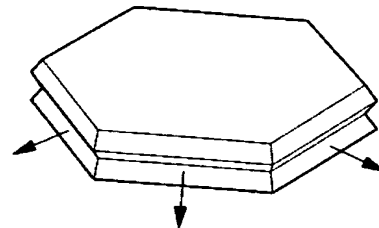
図面

【図 1】

(A)



(B)



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 良好な切れ味を維持したままで、被削材面粗度が向上できる砥石が製作できる砥粒を提供し、その砥粒を使用した砥石や研磨布紙を提供する。

【解決手段】 実質的に単結晶で、黒色を呈する立方晶窒化ホウ素砥粒とする。また、特定の充填率を有する砥粒とする。立方晶窒化ホウ素を合成する際に、ホウ素源を添加することにより得られる。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 0 0 4 4 9
受付番号	5 0 3 0 0 0 0 4 3 6 3
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 5 年 1 月 7 日

< 認定情報・付加情報 >

【特許出願人】

【識別番号】	000002004
【住所又は居所】	東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号
【氏名又は名称】	昭和電工株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】	100064908
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】	100108578
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	高橋 詔男

【選任した代理人】

【識別番号】	100089037
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	渡邊 隆

【選任した代理人】

【識別番号】	100101465
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】	100094400
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 O R ビ ル 志賀国際特許事務所

次頁有

認定・付加情報 (続き)

【氏名又は名称】	鈴木 三義
【選任した代理人】	
【識別番号】	100107836
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	西 和哉
【選任した代理人】	
【識別番号】	100108453
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	村山 靖彦

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 0 0 4 4 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 0 0 4]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号

氏 名

昭和電工株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.